

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-119393

(P2000-119393A)

(43) 公開日 平成12年4月25日 (2000.4.25)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 8 G 77/06		C 0 8 G 77/06	
C 0 8 J 3/03	CFH	C 0 8 L 83/04	
3/075	CFH	C 0 8 J 3/03	CFH
C 0 8 L 83/04			

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平11-225688	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成11年8月9日 (1999.8.9)	(72) 発明者	長谷川 光平 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
(31) 優先権主張番号	特願平10-241132	(72) 発明者	桑田 敏 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
(32) 優先日	平成10年8月12日 (1998.8.12)	(74) 代理人	100079304 弁理士 小島 隆司 (外1名)
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 オルガノポリシロキサンエマルションの製造方法

(57) 【要約】

【解決手段】 低分子オルガノポリシロキサン (A)

を、有機スルホン酸及び有機硫酸エステルから選択される1種又は2種以上のアニオン型界面活性剤 (B) の存在下で水中に平均粒径が300nm以下となるように乳化分散させて初期エマルションを得、該エマルションを重合反応させ、次いで中和することを特徴とするオルガノポリシロキサンエマルションの製造方法。

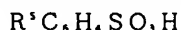
【効果】 本発明によれば、安定性に優れたオルガノポリシロキサンエマルションを重合時間を短縮して製造することができる。

【特許請求の範囲】

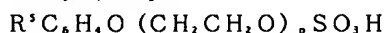
【請求項1】 低分子オルガノポリシロキサン(A)を、有機スルホン酸及び有機硫酸エステルから選択される1種又は2種以上のアニオン型界面活性剤(B)の存在下で水中に平均粒径が300nm以下となるように乳化分散させて初期エマルジョンを得、該エマルジョンを重合反応させ、次いで中和することを特徴とするオルガノポリシロキサンエマルジョンの製造方法。

【請求項2】 初期エマルジョンを得るための乳化分散を500kg/cm²以上の高剪断圧力で行う請求項1記載の製造方法。

【請求項3】 低分子オルガノポリシロキサン(A) *



(III)



(IV)



(V)



(VI)

(式中、R¹、R^qはそれぞれ炭素数6以上の脂肪族一価炭化水素基、p、qは1～20の整数である。)

【請求項5】 初期エマルジョンの平均粒径が250nm以下である請求項1乃至4のいずれか1項記載の製造方法。

【請求項6】 低分子オルガノポリシロキサン(A)を10～60重量%、アニオン型界面活性剤(B)を0.1～10重量%、及び水(C)を30～89.9重量%使用して初期エマルジョンを得るようにした請求項1乃至5のいずれか1項記載の製造方法。

【請求項7】 (A)成分が環状オルガノポリシロキサンを70重量%以上含有する請求項1乃至6のいずれか1項記載の製造方法。

【請求項8】 (A)成分に更に3官能性シラン、その加水分解縮合物又は4官能性シランを添加する請求項1乃至7のいずれか1項記載の製造方法。

【請求項9】 (A)成分に更に有機官能性基を含有する加水分解性シラン、その加水分解縮合物又は有機官能性基含有のシロキサン単位を有するオルガノシロキサンオリゴマーを添加する請求項1乃至8のいずれか1項記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、安定性に優れたオルガノポリシロキサンエマルジョンの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】オルガノポリシロキサンエマルジョンは、合成樹脂、ゴム、紙、鋳型等の離型剤として、合成樹脂フィルム、シート、或いは紙表面のコーティング剤として、天然繊維、合成繊維等の有機繊維、ガラス繊維等の無機繊維等の撥水剤、柔軟剤、平滑剤として、或いはエマルジョン塗料、消泡剤の成分として有用であるが、このようなオル

*が、環状オルガノポリシロキサン、末端がトリオルガノシリル基、ジオルガノモノヒドロキシシリル基又はジオルガノモノアルコキシシリル基で封鎖された鎖状オルガノポリシロキサン又はこれらの混合物である請求項1又は2記載の製造方法。

【請求項4】 アニオン型界面活性剤(B)が、下記一般式(III)～(VI)で示される脂肪族置換ベンゼンスルホン酸類、ポリオキシエチレン脂肪族フェニルエーテルサルフェート類、脂肪族水素サルフェート類、エトキシ化脂肪族水素サルフェート類から選ばれるものである請求項1乃至3のいずれか1項記載の製造方法。

ガノポリシロキサンエマルジョンとしては、各種の安定性や高重合度化等の点を考慮すると、乳化重合によって製造した小粒径のものをを用いることが好ましい。この乳化重合物の製法は、例えば、強酸又は強アルカリを重合触媒として重合する方法(特公昭34-2041号公報)、アルキルベンゼンスルホン酸、アルキルナフタレンスルホン酸、脂肪族スルホン酸、シリルアルキルスルホン酸、脂肪族置換ジフェニルエーテルスルホン酸、アルキルハイドロジェンサルフェート等を重合触媒として重合する方法(特公昭41-13995号公報、ベルギー特許第686812号、米国特許第3360491号)又は塩型界面活性剤水溶液中にジオルガノシロキサンの3～6量体を乳化分散させ、この分散系にイオン交換樹脂を添加して前記塩型界面活性剤のイオン交換を行い、重合する方法(特公昭54-19440号公報)などが挙げられる。しかし、上記の方法は、いずれも重合時間が長く、迅速化が待望されていた。

【0003】本発明は、上記要望に応えたもので、重合時間を短縮して安定性に優れたオルガノポリシロキサンエマルジョンを製造する方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を行った結果、低分子オルガノポリシロキサンを、有機スルホン酸及び有機硫酸エステルから選択されるアニオン型界面活性剤の存在下で水中に乳化分散させて初期エマルジョンを得、これを重合反応させるに際し、上記初期エマルジョンの平均粒径を300nm以下に小粒径化することにより、重合時間を短縮化し得、また得られたオルガノポリシロキサンエマルジョンの安定性が優れていることを見出し、本発明をなすに至った。

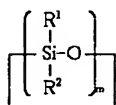
【0005】即ち、本発明は、低分子オルガノポリシロキサン(A)を、有機スルホン酸及び有機硫酸エステル

から選択される1種又は2種以上のアニオン型界面活性剤(B)の存在下で水中に平均粒径が300nm以下となるように乳化分散させて初期エマルジョンを得、該エマルジョンを重合反応させ、次いで中和することを特徴とするオルガノポリシロキサンエマルジョンの製造方法を提供する。

【0006】以下、本発明につき更に詳しく説明する。

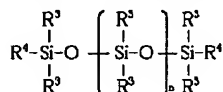
(A) 成分

本発明のオルガノポリシロキサンエマルジョンの製造方法において、出発原料として使用する(A)成分の低分子オルガノポリシロキサンとしては、特に制限されないが、環状オルガノポリシロキサン、末端がトリオルガノシリル基、ジオルガノモノヒドロキシシリル基又はジオルガノモノアルコキシシリル基で封鎖された鎖状オルガノポリシロキサンやこれらの混合物などが好適に用いられる。



(但し、式中 R^1 、 R^2 はそれぞれ水素原子又はメチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基、ビニル基、アリル基等のアルケニル基、フェニル基等のアリール基などの炭素数1~8の一価炭化水素基であり、 n は平均3~8の数である。)

【0009】また、上記末端封鎖基を有する鎖状オルガノポリシロキサンとしては、下記一般式(II)で示されるものが好ましく、具体的にはヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、デカメチルテトラ※



(但し、式中 R^3 は水素原子又はメチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基、ビニル基、アリル基等のアルケニル基、フェニル基等のアリール基などの炭素数1~8の一価炭化水素基、 R^4 は R^3 又はヒドロキシ基又はメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基、ペントキシ基、ヘキソキシ基等のアルコキシ基、フェノキシ基等のアリールオキシ基などの炭素数1~8のオルガノオキシ基であり、 n は平均0~40の数である。)

【0011】本発明の好ましい態様としては、低分子オルガノポリシロキサンとして上述した環状オルガノポリシロキサンを主成分とし、これに末端封鎖基を有する鎖状オルガノポリシロキサンを任意に混合したものを用いることにより、乳化重合後のオルガノポリシロキサンのシロキサン単位数を任意にコントロールすることができる。この場合、両オルガノポリシロキサンの配合割合は別に制限されないが、環状オルガノポリシロキサンを70重量%以上、特に90重量%以上の割合で配合するこ

*【0007】ここで、環状オルガノポリシロキサンとしては、下記一般式(I)で示されるものが好ましく、具体的にはヘキサメチルシクロトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、1,1-ジエチルヘキサメチルシクロテトラシロキサン、フェニルヘプタメチルシクロテトラシロキサン、1,1-ジフェニルヘキサメチルシクロテトラシロキサン、1,2,3,4-тетрамethyl-1,2,3,4-тетраvinylシクロテトラシロキサン、1,2,3,4-тетрамethylシクロテトラシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、1,2,3,4-тетрамethyl-1,2,3,4-тетраphenylシクロテトラシロキサンなどが例示される。

【0008】

【化1】

(I)

※シロキサン、ヘキサデカメチルヘプタシロキサン、ヘキサエチルジシロキサン、テトラメチルジエチルジシロキサン、テトラメチルジビニルジシロキサン、テトラメチルジヒドロキシジシロキサン、テトラメチルジメトキシジシロキサン、オクタメチルジヒドロキシテトラシロキサン、オクタメチルジメトキシテトラシロキサンなどが例示される。

【0010】

【化2】

(II)

とが好ましく、上記配合割合とすることにより、オルガノポリシロキサン中のシロキサン単位のモル比を容易に調整することができる。更に、低分子オルガノポリシロキサンの使用量は別に制限されないが、エマルジョン中のオルガノポリシロキサンの濃度が10~60重量%、特に20~50重量%となるようにすることが好ましく、10重量%に満たないと、工業上効率が悪くなる場合があり、60重量%を超えると、エマルジョンの粘度が増加して作業上問題が生じる場合がある。

【0012】また、本発明のオルガノポリシロキサンエマルジョンの製造に際して、このオルガノポリシロキサンエマルジョンを利用する保護被膜等の耐久性を改良するために、分岐単位の導入も任意である。この分岐単位の導入法としては、例えばメチルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン等の3官能性シランやそれらの加水分解縮合物、

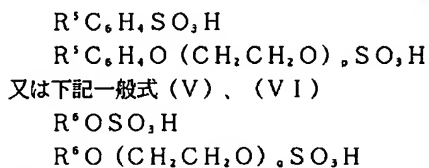
テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン等の4官能性シラン等を添加して重合を実施すればよい。なお、上記3官能性シラン、その加水分解縮合物や4官能性シランは、(A)成分の10重量%以下、より好ましくは1重量%以下の割合で配合することが好ましい。なお、これらの成分は必須ではないが、配合する場合は(A)成分の0.01重量%以上、特に0.1重量%以上とすることが好ましい。

【0013】また、本発明では、上記オルガノポリシロキサンに、有機官能性基を含有する加水分解性シランや、それらの加水分解縮合物、有機官能性基含有のシロキサン単位を有するオルガノシロキサンオリゴマーを、本発明の目的を損なわない範囲で添加して重合を行ってもよく、これらを添加することによって、生成するオルガノポリシロキサンに有機官能性基を導入することができる。この有機官能性基としてはアクリロキシ基、メタクリロキシ基、メルカプト基、カルボキシ基、アミノ基、エポキシ基等を含有する有機基が挙げられる。なお、これらのシロキサン単位の導入率は、上記低分子オルガノポリシロキサン〔(A)成分〕に対して10モル%以下、特に5モル%以下であることが好ましい。これらの成分も必須ではないが、配合する場合は(A)成分の0.01モル%以上、特に0.1モル%以上が好ましい。

【0014】上記の有機官能性基を含有する加水分解性シランとしては、例えば下記式の化合物を挙げることができる。

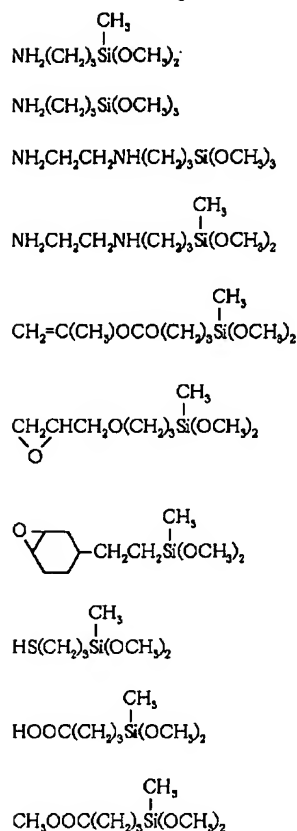
【0015】

【化3】



(但し、式中 R^1 、 R^q はそれぞれ炭素数6以上の脂肪族一価炭化水素基、 p 、 q は1~20の整数である。)でそれぞれ示される脂肪族置換ベンゼンスルホン酸類(ⅠⅠⅠ)、ポリオキシエチレン脂肪族フェニルエーテルサルフェート類(ⅠⅠⅣ)、脂肪族水素サルフェート類(ⅠⅠⅤ)、又はエトキシ化脂肪族水素サルフェート類(ⅠⅠⅥ)が好適に使用される。

【0018】ここで、式(ⅠⅠⅠ)~(ⅠⅠⅥ)中の R^1 、 R^q は、それぞれ炭素数6以上、好ましくは6~1



【0016】また、有機官能性基含有のシロキサン単位を有するオルガノシロキサンオリゴマーとしては、上述した加水分解性シランを加水分解することにより得られるシロキサン単位が約3~20程度の環状オルガノポリシロキサン又は水酸基末端封鎖直鎖状オルガノポリシロキサンが好適に用いられる。

【0017】(B)成分

次に、(B)成分として用いるアニオン型界面活性剤は、有機スルホン酸及び有機硫酸エステルから選択されるもので、下記一般式(ⅠⅠⅠ)、(ⅠⅠⅣ)

(ⅠⅠⅠ)

(ⅠⅠⅣ)

(ⅠⅠⅤ)

(ⅠⅠⅥ)

8の脂肪族一価炭化水素基であり、例えばヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、セチル基、ステアリル基、ミリスチル基、オレイル基、ノネニル基、オクチニル基、ペンタデカジエニル基等が挙げられる。

【0019】上記式(ⅠⅠⅠ)~(ⅠⅠⅥ)のアニオン系界面活性剤として具体的には、ヘキシルベンゼンスルホン酸、オクチルベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、セチルベンゼンスルホン酸、オクチルサルフェート、ラウリルサルフェート、オレイルサルフェー

ト、セチルサルフェート、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテルサルフェート、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテルサルフェート、エトキシ化ラウリルサルフェート、エトキシ化オレイルサルフェート、エトキシ化セチルサルフェート等が例示される。

【0020】更に、触媒作用の弱いアニオン系界面活性剤も(B)成分の重合触媒と併用して使用することができる。このようなアニオン系界面活性剤としては、上記式(III)の脂肪族置換ベンゼンスルホン酸、式(IV)のポリオキシエチレン脂肪族フェニルエーテルサルフェート類、式(V)の脂肪族水素サルフェート類、又は式(VI)のエトキシ化脂肪族水素サルフェート類のナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩などが挙げられ、具体的にはドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、オクチルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸アンモニウム、アンモニウムラウリルサルフェート、トリエタノールアミンラウリルサルフェート、ナトリウムラウリルサルフェート、ナトリウムポリオキシエチレンニルフェニルエーテルサルフェート、アンモニウムエトキシ化ラウリルサルフェート、トリエタノールアミンエトキシ化ラウリルサルフェート、ナトリウムエトキシ化ラウリルサルフェート等が例示される。また、例えば、ポリオキシエチレンラウリルエーテル酢酸、ポリオキシエチレンステアシルエーテル酢酸、ポリオキシエチレンラウリルエーテル酢酸ナトリウム、ポリオキシエチレンステアシルエーテル酢酸ナトリウム等のポリオキシエチレンアルキルエーテルカルボン酸又はその塩などの1種又は2種以上を併用することができるが、これらに限定されるものではない。

【0021】なおまた、塩酸、硫酸、リン酸等の無機酸を(B)成分と併用して用いることができ、これによって(A)成分の重合を促進することができる。

【0022】(B)成分の配合量は、エマルジョン中好ましくは0.1~10重量%である。0.1重量%未満であると乳化物の安定性が不十分となり、また10重量%を超えると得られるオルガノポリシロキサンエマルジョンの離型性や耐熱性が低下するおそれがある。より好ましくは0.5~5重量%の範囲である。

【0023】更に、乳化重合によって得られる本発明のオルガノポリシロキサンエマルジョンの安定性を向上させるために、他のアニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤或いは両性界面活性剤を、本発明の目的を損なわない範囲で乳化重合前、乳化重合後或いは中和後に添加してもよい。このアニオン界面活性剤としては、例えば高級アルキルサルフェートの塩、アルキルフェニルエーテルサルフェートの塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、高級アルキルホスフェートの塩、エトキシ化高級アルキルサルフェートの塩、エトキシ化アルキルフェニルエーテルサルフェートの塩、エトキシ化高級アルキルホスフェートの塩等が挙げられ、ノニオン界面活性剤として

は、例えばエトキシ化高級アルコール、エトキシ化アルキルフェノール、多価アルコール脂肪酸エステル、エトキシ化多価アルコール脂肪酸エステル、エトキシ化脂肪酸、エトキシ化脂肪酸アミド、ソルビトール、ソルビタン脂肪酸エステル、エトキシ化ソルビタン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル等が挙げられ、両性界面活性剤としては、例えばアミノ酸型、ベタイン型のものが挙げられる。

【0024】また更に、本発明では低分子オルガノポリシロキサン(A)及びアニオン型界面活性剤(B)を水中に乳化分散させるものであり、この場合、水[(C)成分]の使用量は別に制限されないが、エマルジョン中30~89.9重量%、特に45~79.5重量%の割合で使用することが好ましい。水の使用量が少なすぎると、得られるエマルジョンの粘度が高くなり、作業性が低下するおそれがある。水の使用量が多すぎると、得られるエマルジョンが工業的に十分なものとはならない場合がある。

【0025】本発明のオルガノポリシロキサンエマルジョンは、上述したようなオルガノポリシロキサンを水性媒体中にて、有機スルホン酸及び有機硫酸エステルから選ばれる少なくとも1種のアニオン型界面活性剤の存在下で乳化分散して初期エマルジョンを得、これを重合し、更に中和することにより製造する。

【0026】本発明においては、この初期エマルジョンの平均粒径を300nm以下とするものであり、これは300nmより大きいと重合反応が遅くなり、工程時間が長くなるためであり、より好ましくは250nm以下である。

【0027】なお、この初期エマルジョンを得るための乳化分散は、(A)~(C)成分を高圧乳化機を用いて500kg/cm²以上の高剪断圧力で行うことが望ましい。この圧力が500kg/cm²より低いと、初期エマルジョンの平均粒径を300nm以下とすることが困難である。なお、3,000kg/cm²より高くしても、それ以上平均粒径を小さくする効果は期待できず、非効率であるので、より好ましくは500~3,000kg/cm²、特に700~3,000kg/cm²である。この高圧乳化機としては、例えば超高压ガウリンホモジナイザー、マイクロフルイダイザー、ナノマイザー(以上はいずれも商品名)などが挙げられる。この高圧乳化の前にホモミキサー、アジホモミキサー(商品名)、コンビミキサー(商品名)、コロイドミルなどを用いて粗乳化することも任意である。

【0028】このようにして得られた初期エマルジョンを重合するに際し、重合温度は好ましくは10~80℃、より好ましくは20~60℃である。重合の温度が10℃より低いと重合反応が遅くなり、80℃より高いと重合反応中にエマルジョンの安定性が低下する場合がある。重合反応の時間としては好ましくは1~50時

間、より好ましくは5〜30時間であり、静置或いは緩やかな攪拌下に行うことが好ましい。

【0029】この重合反応後は、アルカリ性物質を添加することにより、好ましくはpH4〜9に中和する。このpHは4より小さくても、9より大きくても得られるオルガノポリシロキサンエマルジョンの長期安定性が低下するおそれがあるため、4〜9であることが好ましく、より好ましくは5〜8である。この際、添加するアルカリ性物質としては、水酸化アルカリ金属塩、水酸化アルカリ土類金属塩、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ土類金属炭酸塩等の無機アルカリ化合物、アンモニア、有機アミン等の有機アルカリ化合物が挙げられる。

【0030】

【発明の効果】本発明によれば、安定性に優れたオルガノポリシロキサンエマルジョンを重合時間を短縮して製造することができる。

【0031】

【実施例】以下に本発明の具体的な態様を実施例により更に詳しく説明するが、本発明は以下の例によって限定されるものではない。なお、実施例中の粘度は25℃における値である。

【0032】【実施例1】オクタメチルシクロテトラシロキサン350g、ヘキサメチルジシロキサン0.8gの混合物に10%ドデシルベンゼンスルホン酸水溶液100gをホモミキサーで1,000rpmで攪拌しながら徐々に滴下した。転相させ、増粘させた後、攪拌速度を5,000rpmに上げて15分間攪拌した後、脱イオン水517.2gを加えて希釈した。次いでこれを「マイクロフルイダイザーM-110Y型」（マイクロフルイデックス社製）で1,300kg/cm²の圧力で2回乳化分散を行った。この時の平均粒径を「Coulter N4 Plusサブミクロン粒度分布測定装置（コールター株式会社製）」で測定したところ、190nmであった。これを25℃で15時間静置し、次いで10%の炭酸ナトリウム水溶液32gを加えてpH7に調整したところ、平均粒径170nmの乳白色のエマルジョンを得た。このエマルジョン100gにイソプロピルアルコール200gを加えて、オルガノポリシロキサンの抽出を行い、乾燥後のオルガノポリシロキサンの粘度を測定したところ、23,000センチポイズであった。このエマルジョンは、室温で1ヶ月放置しても層分離は全く認められず、優れた安定性を示した。

【0033】【比較例1】実施例1において「マイクロフルイダイザーM-110Y型」をガウリンホモジナイザー「15M-8TA」（APVゴーリン社製）に変更し、圧力1,300kg/cm²を300kg/cm²に変えた以外は実施例1と同様にして、乳白色のエマルジョンを得た。この時の乳化分散時の平均粒径は320nmであり、実施例1と同様にして重合、中和後、得られたエマルジョンの平均粒径は310nmであった。この

エマルジョン100gにイソプロピルアルコール200gを加えて、オルガノポリシロキサンの抽出を行い、乾燥後のオルガノポリシロキサンの粘度を測定したところ、90センチポイズであり、重合が十分進行していないことが確認された。また、室温で1ヶ月放置したところ、2層分離が認められた。

【0034】【実施例2】オクタメチルシクロテトラシロキサン500g、フェニルトリエトキシシラン1.8gを2リットルポリエチレン製ビーカーに仕込み、ホモミキサーにて均一に混合した後、10%ラウリル硫酸ナトリウム水溶液50g及び10%ドデシルベンゼンスルホン酸水溶液50gを加えて、ホモミキサーの回転数3,000rpmにて10分間乳化を行った。更に脱イオン水383.1gを加えて希釈を行い、次いで超高压ガウリンホモジナイザー「LAB40-10RBF1」（APVゴーリン社製）にて1,000kg/cm²の圧力で2回乳化分散を行い、安定なエマルジョンを得た。エマルジョンの平均粒径は210nmであった。このエマルジョンを攪拌装置、温度計、還流冷却器の付いた2リットルガラスフラスコに移し、50℃で24時間、80rpmで攪拌後、更に15℃で4時間、80rpmで攪拌後、10%炭酸ナトリウム水溶液9.8gで中和することによりpH5.5の白色エマルジョンを得た。このエマルジョンは平均粒径180nmであり、更にこのエマルジョン100gにイソプロピルアルコール200gを加えて、オルガノポリシロキサンの抽出を行い、乾燥を行ったところ、非流動性の軟ゲル状オルガノポリシロキサンが得られ、その5%トルエン溶液の粘度は35センチポイズであった。このエマルジョンは、室温で1ヶ月放置しても層分離は全く認められず、優れた安定性を示した。

【0035】【比較例2】実施例2において超高压ガウリンホモジナイザー「LAB40-10RBF1」をガウリンホモジナイザー「15M-8TA」に変更し、圧力1,000kg/cm²を300kg/cm²に変えた以外は実施例2と同様にして乳白色のエマルジョンを得た。この時の乳化分散時の平均粒径は320nmであり、実施例2と同様にして重合、中和後、得られたエマルジョンの平均粒径は290nmであった。更にこのエマルジョン100gにイソプロピルアルコール200gを加えて、オルガノポリシロキサンの抽出を行い、乾燥を行ったところ、ペースト状オルガノポリシロキサンが得られ、その5%トルエン溶液の粘度は12センチポイズであり、重合が十分進行していなかった。また、室温で1ヶ月放置したところ、2層分離が認められた。

【0036】【実施例3】オクタメチルシクロテトラシロキサン420g、ヘキサメチルジシロキサン0.4gの混合物に10%ドデシルベンゼンスルホン酸水溶液100gをホモミキサーで1,000rpmで攪拌しながら徐々に滴下した。転相させ、増粘させた後、攪拌速度

11

を5,000rpmに上げて15分間攪拌した後、脱イオン水479.6gを加えて希釈した。次いでこれを「マイクロフルイダイザーM-110Y型」で700kg/cm²の圧力で2回乳化分散を行った。この時の平均粒径は250nmであった。これを25℃で24時間静置し、次いで10%の炭酸ナトリウム水溶液32gを加えてpH7に調整したところ、平均粒径210nmの乳白色のエマルションを得た。このエマルション100gにイソプロピルアルコール200gを加えて、オルガノポリシロキサン100gの抽出を行い、乾燥後のオルガノポリシロキサンの粘度を測定したところ、110,000センチポイズであった。このエマルションは、室温で1ヶ月放置しても層分離は全く認められず、優れた安定性を示した。

12

【0037】[比較例3]実施例3において「マイクロフルイダイザーM-110Y型」をガウリンホモジナイザー「15M-8TA」に変更し、圧力700kg/cm²を300kg/cm²に変えた以外は実施例1と同様にして、乳白色のエマルションを得た。この時の乳化分散時の平均粒径は350nmであり、実施例3と同様にして重合、中和後、得られたエマルションの平均粒径は320nmであった。このエマルション100gにイソプロピルアルコール200gを加えて、オルガノポリシロキサンの抽出を行い、乾燥後のオルガノポリシロキサンの粘度を測定したところ、200センチポイズであり、重合が十分進行していないことが確認された。また、室温で1ヶ月放置したところ、2層分離が認められた。